

Экспериментальное исследование и сравнительный анализ пластичности сплава Ni–18,75 ат.% Fe в крупнозернистом и нанокристаллическом состояниях в области температур 4,2–350 К

Е.Д. Табачникова, А.В. Подольский, С.Н. Смирнов, И.А. Псарук

*Физико-технический институт низких температур им. Б.И. Веркина НАН Украины
пр. Ленина, 47, г. Харьков, 61103, Украина
E-mail: tabachnikova@ilt.kharkov.ua*

P.K. Liao

Tennessee University, 37996, Knoxville, USA

Статья поступила в редакцию 18 июля 2014 г., после переработки 9 сентября 2014 г., опубликована онлайн 22 октября 2014 г.

В интервале температур 4,2–350 К при одноосном сжатии с постоянной скоростью деформирования изучены механические свойства крупнозернистого (КЗ) сплава Ni–18,75 ат.% Fe со средним размером зерен 35 мкм. Получена температурная зависимость условного предела текучести и проанализирован вид деформационных кривых. Для величины пластической деформации $\varepsilon \approx 2\%$ получены температурные зависимости деформирующего напряжения, скоростной чувствительности деформирующего напряжения и активационного объема процесса пластической деформации. Термоактивационный анализ экспериментальных данных показал, что пластическая деформация в интервале температур 35–350 К для крупнозернистого сплава имеет термически активированный характер и описывается единым механизмом. Получены эмпирические оценки параметров взаимодействия дислокации с локальными барьерами и оценки величины эффективных и внутренних напряжений. Проведен сравнительный анализ результатов, описывающих закономерности низкотемпературной термически активированной пластической деформации изученного сплава в КЗ и нанокристаллическом (НК) состояниях. Сделан вывод, что в исследованном интервале температур в КЗ состоянии микроскопические барьеры, контролирующие термически активируемое пластическое течение, отличны от барьеров в НК состоянии. Обсуждается спектр локальных препятствий, которые могут определять термически активированную дислокационную пластичность в НК и КЗ состояниях.

В інтервалі температур 4,2–350 К при одноосному стискуванні з постійною швидкістю деформування вивчено механічні властивості крупнозернистого (КЗ) сплаву Ni–18,75 ат.% Fe з середнім розміром зерен 35 мкм. Отримано температурну залежність умовної межі текучості та проаналізовано вид деформаційних кривих. Для величини пластичної деформації $\varepsilon \approx 2\%$ отримано температурні залежності деформуючого напруження, швидкісної чутливості деформуючого напруження та активаційного об'єму процесу пластичної деформації. Термоактиваційний аналіз експериментальних даних показав, що пластична деформація в інтервалі температур 35–350 К для крупнозернистого сплаву має термічно активований характер та описується єдиним механізмом. Отримано емпіричні оцінки параметрів взаємодії дислокації з локальними бар'єрами та оцінки величини ефективних і внутрішніх напружень. Проведено порівняльний аналіз результатів, які описують закономірності низкотемпературної термічно активованої пластичної деформації вивченого сплаву в КЗ та нанокристалічному (НК) станах. Зроблено висновок, що в дослідженому інтервалі температур в КЗ стані мікроскопічні бар'єри, що контролюють термічно активовану пластичну течію, відмінні від бар'єрів у НК стані. Обговорюється спектр локальних перешкод, які можуть визначати термічно активовану дислокаційну пластичність в НК і КЗ станах.

PACS: 61.72.Nh Непрямое наблюдение дислокаций и других дефектов (удельное сопротивление, скольжение, ползучесть, деформация, внутреннее трение, ЭПР, ЯМР и т.д.);
 62.20.F– Деформация и пластичность;
 81.07.Bc Нанокристаллические материалы;
 81.40.Ef Холодная обработка, упрочнение, отжиг, последеформационный отжиг, закалка, отпуск и кристаллизация;
 81.40.Lm Деформация, пластичность и ползучесть.

Ключевые слова: крупнозернистый сплав, нанокристаллическое состояние, низкие температуры, дислокации, термоактивационный анализ.

1. Введение

В последнее время в литературе активно обсуждается вопрос о зависимости деформационных механизмов, определяющих механические свойства поликристаллических материалов, от размера зерен. Для крупнозернистых (КЗ) поликристаллических материалов (со средним размером зерен $d > 1$ мкм) установлено [1–7], что деформация осуществляется за счет генерации и движения дислокаций внутри зерна. С уменьшением размера зерен до нанокристаллического (НК) масштаба ($d < 100$ нм) вероятность возникновения внутри зерен дислокационных скоплений в ходе деформации уменьшается. В качестве одного из наиболее вероятных механизмов, контролирующих пластичность НК материалов, в литературе [7,8] рассматривается процесс зарождения дислокаций на границах зерен. В то же время отсутствие строгого теоретического описания процессов поглощения и генерации дислокаций границами зерен затрудняет анализ экспериментальных данных и получение однозначных выводов о механизмах, контролирующих пластическую деформацию НК материалов. Одним из эффективных методов для определения физических механизмов пластической деформации кристаллических материалов является метод термоактивационного анализа [6,9].

В работе [10] этот метод применен для изучения закономерностей пластической деформации нанокристаллического сплава Ni–18,75 ат.% Fe с $d \approx 23$ нм. Проведенный в [10] термоактивационный анализ процесса пластической деформации позволил получить для данного нанокристаллического сплава эмпирические оценки теоретических параметров пластичности и оценки величин эффективных и внутренних напряжений. Представляет несомненный интерес сравнение полученных в [10] термоактивационных параметров процесса пластической деформации для НК состояния с аналогичными характеристиками этого же материала в КЗ состоянии.

Сравнение механизмов, контролирующих пластическую деформацию в НК и КЗ состояниях одного и того же материала, в настоящее время в литературе отсутствует. Поэтому цель данной работы — изучение закономерностей пластической деформации крупнозернистого сплава Ni–18,75 ат.% Fe (аналогичного по

составу нанокристаллическому сплаву, изученному в [10]) в широком интервале температур от 4,2 до 350 К, проведение термоактивационного анализа экспериментальных данных и сравнение характеристик термически активированной пластичности данного сплава в НК и КЗ состояниях.

2. Материалы и методы

Изучен крупнозернистый поликристаллический сплав Ni–18,75 ат.% Fe (18 вес.% Fe) со средним размером зерен $d \sim 35$ мкм. Крупнозернистое состояние было получено отжигом исходного нанокристаллического сплава ($d \sim 23$ нм) при температуре 800 °С в течение двух часов. Подробное описание методики получения НК сплава, а также исследование его микроструктуры даны в работах [10–14]. Сплав имеет гранцентрированную кубическую решетку, атомы Fe в матрице Ni образуют твердый раствор замещения. Содержание примесей серы не превышает 0,018 ат.% (0,01 вес.%) [11].

Образцы в виде прямоугольных призм размерами 1,5×1,8×3 мм деформировали одноосным сжатием с относительной скоростью $\dot{\epsilon}_a = 3,3 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ на жесткой деформационной машине (жесткость $7 \cdot 10^6$ Н/м). Эксперименты проводили при 4,2 К (жидкий гелий), 77 К (жидкий азот) и промежуточных температурах, которые в интервале 77–290 К были получены продуванием азота через охватывающий образец душ, а в интервале 4,2–77 К — охлаждением образца парами гелия. Температуры выше 290 К получены нагреванием образца горячим воздухом.

Полученные диаграммы «нагрузка–время» перестраивали в деформационные кривые «напряжение σ – пластическая деформация ϵ » — $\sigma(\epsilon)$, для которых определяли условный предел текучести $\sigma_{0,2}$, максимальные достигнутые напряжения σ_f и пластическую деформацию ϵ_f соответствующую значениям σ_f . Величину σ определяли как отношение нагрузки к начальной площади поперечного сечения образца, величину ϵ вычисляли как отношение изменения длины образца, обусловленного пластической деформацией, к его начальной длине. В работе также рассчитывали деформационные кривые в координатах «сдвиговое напряжение τ – пластическая деформация ϵ » — $\tau(\epsilon)$.

Сдвиговое напряжение τ вычисляли как $\tau = 0,5 \sigma$. Предполагаем, что в сплаве Ni–18,75 ат.% Fe действуют типичные для ГЦК кристаллов системы скольжения $\{111\}\langle 110\rangle$ для полных дислокаций (величина вектора Бюргера $b = 0,25$ нм).

В процессе деформирования некоторых образцов определяли чувствительность сдвигового деформирующего напряжения $\Delta\tau/\Delta\ln\dot{\epsilon}_a$ к увеличению скорости деформирования от значения $\dot{\epsilon}_a = 3,3 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ в 4 раза. Температурные зависимости $\Delta\tau(T)/\Delta\ln\dot{\epsilon}_a$ определяли при величине деформации $\epsilon \sim 2\%$. Из скоростной чувствительности деформирующего напряжения $\Delta\tau(T)/\Delta\ln\dot{\epsilon}_a$, согласно стандартной формуле [9], вычисляли значения активационного объема для процесса пластической деформации:

$$V(T) = kT \frac{\Delta\ln\dot{\epsilon}_a}{\Delta\tau(T)}, \quad (1)$$

где k — постоянная Больцмана.

3. Экспериментальные результаты

3.1. Вид деформационных кривых при разных температурах

Типичный вид деформационных кривых $\tau(\epsilon)$, полученных при сжатии КЗ сплава Ni–18,75 ат.% Fe для различных температур в координатах «сдвиговое напряжение – пластическая деформация», представлен на рис. 1. Видно, что при умеренно низких температурах пластическое течение происходит плавно. Для всех температур кривые $\tau(\epsilon)$ имеют две стадии: начальную, имеющую «параболический» характер, и протяженную линейную. Стадийность деформацион-

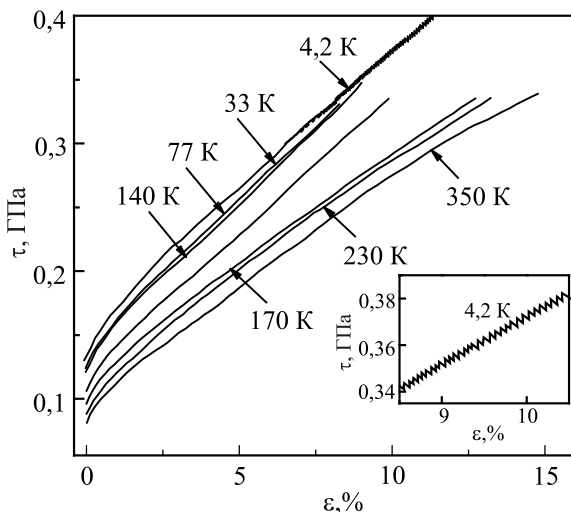


Рис. 1. Типичные деформационные кривые в координатах «сдвиговое напряжение τ – пластическая деформация ϵ » для КЗ сплава Ni–18,75 ат.% Fe при различных температурах. На вставке показан скачкообразный характер пластического течения для $\epsilon > 7\%$ при 4,2 К.

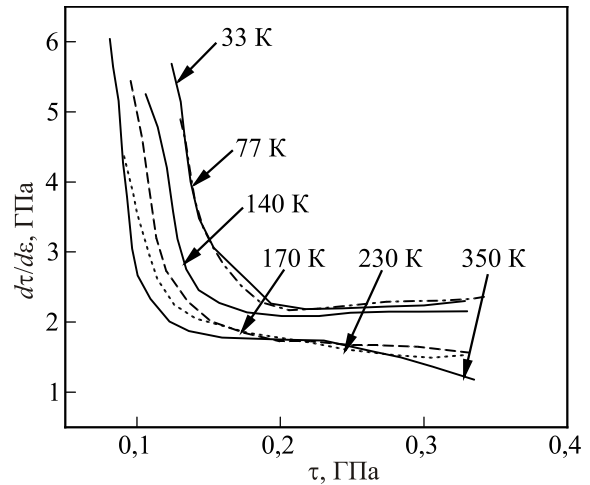


Рис. 2. Зависимости коэффициента деформационного упрочнения $d\tau/d\epsilon$ от величины деформирующего напряжения τ для КЗ сплава Ni–18,75 ат.% Fe при различных температурах.

ных кривых более наглядно видна на зависимости коэффициента деформационного упрочнения $d\tau/d\epsilon$ от сдвигового деформирующего напряжения τ (рис. 2). Такой двухстадийный вид деформационных кривых типичен для многих поликристаллических материалов с ГЦК решеткой и связан с тем, что часть зерен под действием высоких внутренних напряжений деформируется раньше остальных, затем происходит постепенное распространение деформации от зерна к зерну. Стадия параболического упрочнения прекращается, когда все зерна вовлекаются в процесс пластической деформации.

Как видно на рис. 1, при температуре 4,2 К при достижении величины пластической деформации $\epsilon \approx 7\%$ пластическое течение приобретает скачкообразный характер. Глубина скачков $\Delta\tau$ увеличивается с деформацией от 2 до 4 МПа. Эти значения на порядок меньше наблюдаемых при 4,2 К в НК состоянии [10]. Кроме того, в НК состоянии, в отличие от КЗ состояния, скачки деформирующего напряжения на кривой $\tau(\epsilon)$ наблюдаются сразу за пределом текучести.

Отметим также, что при всех температурах испытания вплоть до гелиевых температур в сплаве наблюдается высокая пластичность. При деформациях 10–15%, когда образцы приобретали бочкообразную форму, деформирование образцов прекращалось.

3.2. Температурные зависимости условного предела текучести $t_{0,2}(T)$, деформирующего напряжения $\tau_2(T)$ и скоростной чувствительности деформирующего напряжения сдвига

Температурная зависимость условного предела текучести $t_{0,2}(T)$ показана на рис. 3(а). С понижением температуры от 350 до 4,2 К величина $\tau_{0,2}$ увеличивается от 90 до 140 МПа. Полученная зависимость $t_{0,2}(T)$ является типичной для многих ГЦК материалов, в

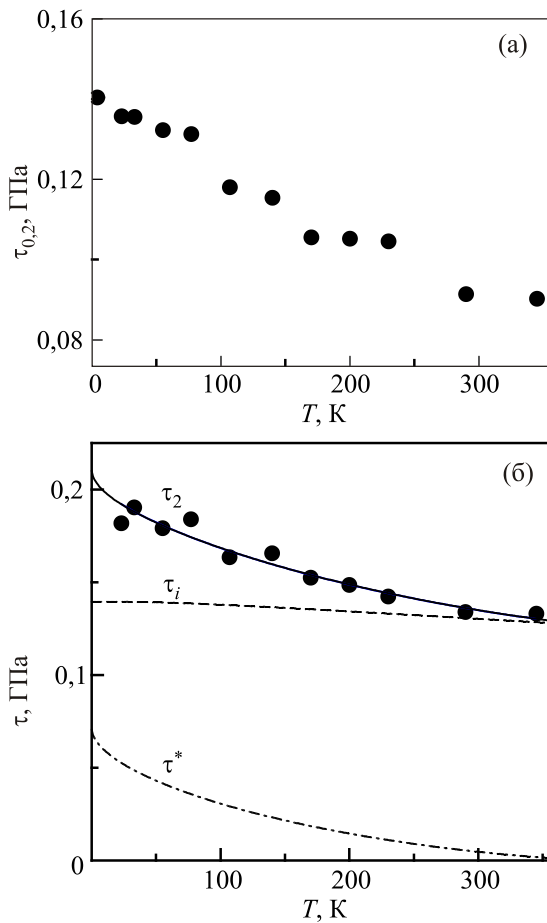


Рис. 3. Температурные зависимости для КЗ сплава Ni–18,75 ат.% Fe условного предела текучести $\tau_{0,2}$ (а); деформирующего напряжения τ_2 и (рассчитанные по формуле (7)) температурные зависимости внутреннего напряжения τ_i и эффективного напряжения τ^* при деформации $\varepsilon \approx 2\%$ (б).

которых процесс пластической деформации определяется термоактивированным движением и размножением дислокаций.

На рис. 4 представлена температурная зависимость скоростной чувствительности $\Delta\tau(T)/\Delta \ln \dot{\varepsilon}_a$, измеренная при деформациях $\varepsilon \approx 2\%$. На графике наблюдается максимум при $T_m \approx 200$ К. Аналогичные зависимости с максимумом регистрировались ранее во многих КЗ металлах и сплавах с ГЦК и ГПУ решетками [5–7], а также в НК состоянии данного сплава с $T_m \approx 300$ К [10].

На рис. 5 приведена температурная зависимость активационного объема V процесса пластической деформации, вычисленного по формуле (1) с использованием данных о скоростной чувствительности деформирующего напряжения $\Delta\tau(T)/\Delta \ln \dot{\varepsilon}_a$ при деформации 2% (см. рис. 4). Видно, что величина активационного объема монотонно уменьшается при понижении температуры от $318b^3$ при $T = 350$ К до $32b^3$ при $T = 23$ К. Уменьшение величины активационного объема для процесса пластической деформации при понижении температуры характерно для термоактивируемой пластичности. Величины

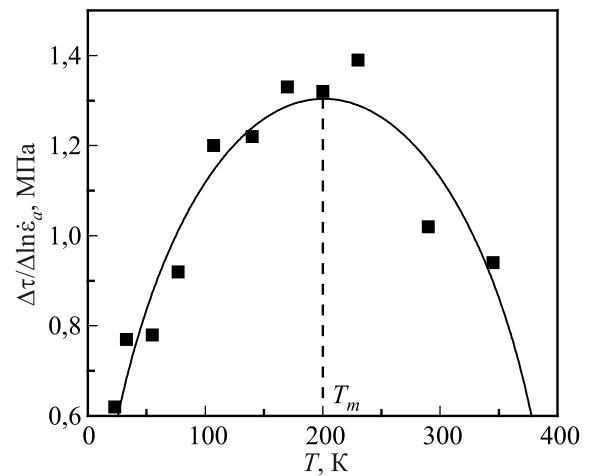


Рис. 4. Температурная зависимость скоростной чувствительности деформирующего напряжения для КЗ сплава Ni–18,75 ат.% Fe при деформации $\varepsilon \approx 2\%$.

активационного объема V порядка $300b^3$ при $T = 300$ К на начальных стадиях пластической деформации на качественном уровне довольно хорошо согласуются с аналогичными величинами для других крупнозернистых поликристаллических ГЦК и ГПУ материалов [5,6,15].

4. Анализ экспериментальных результатов

4.1. Термически активированная пластическая деформация

Полученные нами при $\varepsilon \approx 2\%$ в области 23–350 К температурные зависимости деформирующего напряжения $\tau_2(T)$ (рис. 3(б)) и скоростной чувствительности деформирующего напряжения $\Delta\tau(T)/\Delta \ln \dot{\varepsilon}_a$ (рис. 4) для КЗ состояния исследуемого сплава свидетельствуют о термоактивированной пластической деформации, характерной для многих крупнозернистых поликристаллических металлов.

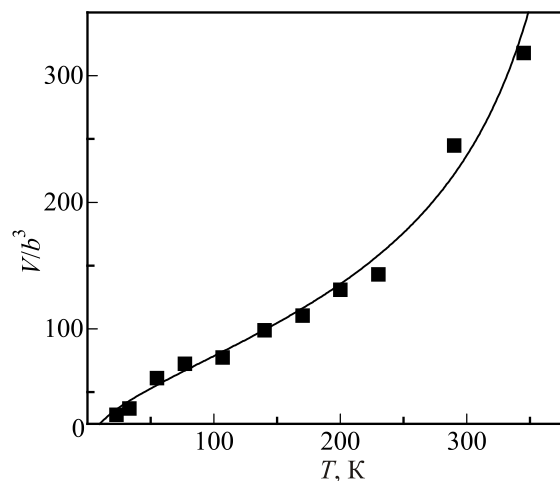


Рис. 5. Температурная зависимость активационного объема V для КЗ сплава Ni–18,75 ат.% Fe при деформации $\varepsilon \approx 2\%$. Сплошная линия — теоретическая зависимость, полученная с помощью формулы (15).

таллических ГЦК и ГПУ материалов [5–7]. Можно предположить, что процесс пластической деформации контролируется термически активированным движением дислокаций через локальные барьеры. В основе этого механизма термически активированной пластичности лежит элементарный акт пластической деформации: изогнутый дислокационный сегмент закреплен на краях локальными барьерами и преодолевает их под действием тепловых флуктуаций. Это обстоятельство позволяет использовать для анализа полученных в данной работе экспериментальных данных метод классического термоактивационного анализа, разработанный ранее в [1,6,10,16]. При описании термически активированного процесса пластической деформации связь между скоростью пластической деформации $\dot{\epsilon}$, эффективным напряжением τ^* и температурой T может быть представлена в виде классического соотношения Аррениуса:

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \exp\left[-\frac{H(\tau^*)}{kT}\right], \quad (2)$$

где $\dot{\epsilon}_0$ — предэкспоненциальный множитель; $\tau^* = \tau - \tau_i$ — эффективное напряжение, представляющее собой разность между деформирующим τ и характерным значением дальнедействующего внутреннего τ_i напряжения; $H(\tau^*)$ — эффективная энергия (энтальпия) активации.

Вид функции $H(\tau^*)$ зависит от параметров локальных барьеров и от статистического распределения этих барьеров на дислокациях. В большинстве случаев функция $H(\tau^*)$ хорошо аппроксимируется аналитическим выражением [1], которое определяет в явном виде зависимость H от τ^* :

$$H(\tau^*) = H_0 \left[1 - \left(\frac{\tau^*}{\tau_c} \right)^p \right]^q, \quad 0 \leq p \leq 1, \quad 1 \leq q \leq 2. \quad (3)$$

Здесь H_0 — энергетический параметр, характеризующий взаимодействие дислокации с локальным барьером; τ_c — критическое напряжение безактивационного преодоления локального барьера; p и q — численные параметры: значение q зависит от формы барьера, а параметр p зависит от свойств барьера и статистики барьеров на дислокациях.

Из соотношений (2) и (3) вытекают следующие теоретические выражения:

$$\tau(T) = \tau_i + \tau_c \left[1 - \left(\frac{T}{T_0} \right)^{1/q} \right]^{1/p}, \quad (4)$$

$$\left(\frac{\partial \tau^*}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \right)_T = \frac{\tau_c}{pqA} \left(\frac{T}{T_0} \right)^{1/q} \left[1 - \left(\frac{T}{T_0} \right)^{1/q} \right]^{(1-p)/p}. \quad (5)$$

Здесь $T_0 = H_0/kA$, $A = \ln(\dot{\epsilon}_0/\dot{\epsilon})$. Выражение (5) получено в предположении, что $\dot{\epsilon}_0$ не зависит от τ^* .

Параметры τ_c , τ_i и H_0 должны зависеть от температуры вследствие температурной зависимости упругих постоянных; это обстоятельство обсуждалось в [6,17]. В нашем случае рассмотрение проводится в довольно широком интервале температур $23 \text{ K} \leq T \leq 350 \text{ K}$ и для корректного анализа следует учесть поправки, обусловленные температурной зависимостью упругих постоянных. Необходимость учета этих поправок подтверждают результаты, полученные в [10] при термоактивационном анализе пластичности сплава Ni-18,75% Fe в НК состоянии. Для упрощения анализа, как и в [6,10,17], будем считать, что температурная зависимость упругих постоянных приводит к одинаковой температурной зависимости параметров τ_c , τ_i и H_0 , которую представим в виде

$$\tau_c(T) = \tau_{c0}\eta(T), \quad \tau_i(T) = \tau_{i0}\eta(T), \quad H_0(T) = H_{00}\eta(T). \quad (6)$$

Здесь $\eta(T)$ — безразмерная функция температуры, которая описывает температурную зависимость упругого модуля изучаемого материала. Аналитический вид этой функции можно выбирать, например, на основе критерия оптимальной аппроксимации зарегистрированной в экспериментах температурной зависимости модуля сдвига в заданном интервале температур [6]. Параметры $\tau_{c0} = \tau_c(0)$, $H_{00} = H_0(0)$ — постоянные величины, а τ_{i0} может, вообще говоря, зависеть от температуры.

Согласно [10], учитывая сделанные предположения, используя соотношения (6) и введя обозначение $T_{00} = H_{00}/kA$, формулы (4) и (5) можно представить в следующем виде:

$$\tau(T) = \eta(T) \left\{ \tau_{i0} + \tau_{c0} \left[1 - \left(\frac{T}{\eta(T)T_{00}} \right)^{1/q} \right]^{1/p} \right\}, \quad (7)$$

$$\left(\frac{\partial \tau^*}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \right)_T = \frac{\eta(T)\tau_{c0}}{pqA} \left(\frac{T}{\eta(T)T_{00}} \right)^{1/q} \times \left[1 - \left(\frac{T}{\eta(T)T_{00}} \right)^{1/q} \right]^{(1-p)/p}. \quad (8)$$

Анализ выражения (8) показывает, что при $0 < p < 1$ $(\partial \tau^*/\partial \ln \dot{\epsilon})_T = 0$ при температурах $T = 0$ и $T = T_g$, где значение T_g определяется корнем уравнения $T_g = \eta(T_g)T_{00}$. Значения $(\partial \tau^*/\partial \ln \dot{\epsilon})_T$ положительны в интервале температур $0 < T < T_g$, и при некоторой температуре $T_m < T_g$ на температурной зависимости $(\partial \tau^*/\partial \ln \dot{\epsilon})_T$ имеется максимум. Температура максимума T_m определяется корнем уравнения

$$T_{00} \frac{d\eta}{dT}(T_m) \left(\frac{T_m}{\eta(T_m)T_{00}} \right) \left[(1-pq) \left(\frac{T_m}{\eta(T_m)T_{00}} \right)^{1/q} + pq - p \right] + \left(p - \left(\frac{T_m}{\eta(T_m)T_{00}} \right)^{1/q} \right) = 0. \quad (9)$$

Если не учитывать температурную зависимость упругого модуля, то, полагая в (9) $\eta(T) \equiv 1$, находим

$$T_m = p^q T_{00}. \quad (10)$$

Определив величину T_m из экспериментальных данных, соотношение (10) можно использовать для полуколичественных оценок теоретических параметров p , q и T_{00} .

Согласно [10], из (7) и (8) вытекает соотношение

$$A = - \frac{T}{\left(\eta(T) - T \frac{d\eta}{dT} \right)} \left(\frac{\partial \tau^*}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \right)_T^{-1} \times \left(\eta(T) \frac{d\tau}{dT} - \tau(T) \frac{d\eta}{dT} - \eta^2(T) \frac{d\tau_{i0}}{dT} \right). \quad (11)$$

Соотношение (11) позволяет проанализировать температурную зависимость параметра A и получить эмпирические оценки его величины. Независимость параметра A от температуры — один из критериев применимости выражений (2) и (3) для описания процесса термически активированной пластической деформации [6,17].

Для корректности термоактивационного анализа мы учли температурную зависимость упругих постоянных, приняв для $\eta(T)$ аналитическое выражение, предложенное в [10]. Как показал сравнительный анализ, рассчитанная с помощью этой функции температурная зависимость модуля сдвига для КЗ сплава хорошо коррелирует с температурной зависимостью модуля сдвига в чистом Ni [18] и хорошо согласуется с температурной зависимостью модуля Юнга для изученного нами ранее НК сплава, полученной на основе акустических измерений [19]. При численных расчетах по формулам (7)–(10) нами использовано следующее аналитическое выражение для безразмерной функции $\eta(T)$:

$$\eta(T) = 1 - \alpha T \exp(-T_\eta/T) \quad (12)$$

с численными значениями параметров $\alpha = 3,05 \cdot 10^{-4} \text{ K}^{-1}$, $T_\eta = 100 \text{ K}$. Функция (12) монотонно убывает с увеличением температуры и хорошо описывает температурную зависимость упругого модуля изучаемого сплава в интервале температур $35 \text{ K} \leq T \leq 350 \text{ K}$: $\eta(T) \approx 1$ в области температур $35 \text{ K} \leq T \leq 75 \text{ K}$ и убывает по закону, близкому к линейному, при более высоких температурах.

Результаты расчетов параметра A по формуле (11) с учетом (12) представлены на рис. 6. При численных расчетах использованы экспериментальные зависимо-

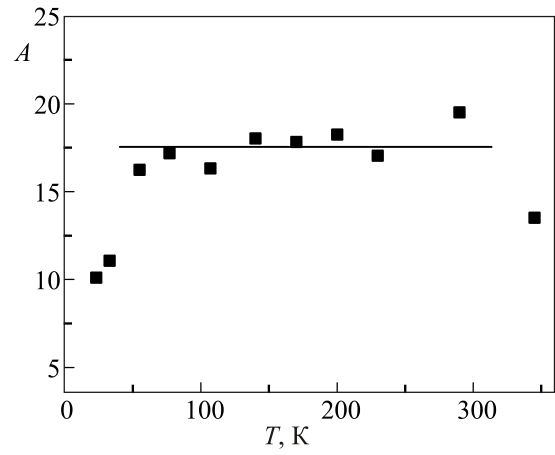


Рис. 6. Температурная зависимость параметра $A = \ln(\dot{\epsilon}_0/\dot{\epsilon})$, рассчитанного по формуле (11).

сти $\tau_2(T)$ и $\Delta\tau(T)/\Delta \ln \dot{\epsilon}_a$ (при $\epsilon \approx 2\%$), также предполагалось, что параметр τ_{i0} от температуры не зависит. На графике видно, что в области температур от 55 до 300 К параметр A можно считать не зависящим от температуры. Среднее значение A составляет 17,55 (для НК состояния эта величина составляет 17,8 [10]). Атермичность параметра A подтверждает применимость выражений (2) и (3) для корректного термоактивационного анализа полученных экспериментальных данных.

Экспериментальным зависимостям $\tau_2(T)$ и $\Delta\tau(T)/\Delta \ln \dot{\epsilon}_a$, полученным при $\epsilon \approx 2\%$, сопоставим теоретические зависимости (7) и (8) соответственно:

$$\tau_2(T) = \eta(T) \left\{ \tau_{i0} + \tau_{c0} \left[1 - \left(\frac{T}{\eta(T)T_{00}} \right)^{1/q} \right]^{1/p} \right\}, \quad (13)$$

$$\left(\frac{\Delta\tau}{\Delta \ln \dot{\epsilon}_a} \right)_T = \frac{\eta(T)\tau_{c0}}{pqA} \left(\frac{T}{\eta(T)T_{00}} \right)^{1/q} \times \left[1 - \left(\frac{T}{\eta(T)T_{00}} \right)^{1/q} \right]^{(1-p)/p}. \quad (14)$$

Используя соотношения (13), (14) и зависимость $\eta(T)$ (12), мы провели процедуру совместной аппроксимации экспериментальных данных по методу наименьших квадратов, которая позволила самосогласованным образом получить значения всех теоретических параметров: p , q , τ_{i0} , τ_{c0} , H_{00} , T_{00} (см. табл. 1). На рис. 3(б) и 4 показаны экспериментальные зависимости $\tau_2(T)$, $\Delta\tau(T)/\Delta \ln \dot{\epsilon}_a$ и аппроксимирующие их теоретические кривые, полученные с помощью формул (13) и (14) с использованием указанных в первой строке таблицы значений теоретических параметров. Видно, что во всем интервале температур $4,2 \text{ K} < T < 350 \text{ K}$ теоретические зависимости достаточно адекватно описывают экспериментальные данные. Отклонения от аппрокси-

Таблица 1. Значения теоретических параметров для КЗ и НК [10] состояний сплава Ni–18,75 ат.% Fe, полученные при анализе экспериментальных данных

Состояние	p	q	τ_{i0} , ГПа	τ_{c0} , ГПа	H_{00} , эВ	T_{00} , К	T_m , К	A	S_0
КЗ	2/3	1,712	0,1394	0,0706	0,669	442,7	200	17,55	$833 b^2$
НК [10]	2/3	1,124	0,9901	0,6748	0,787	514,1	300	17,76	$15 b^2$

мирующих зависимостей, вследствие разброса экспериментальных данных, малы и не имеют систематического характера во всем температурном интервале. На рис. 3(б) также представлены температурные зависимости $\tau^*(T)$ и $\tau_i(T)$, рассчитанные с помощью формулы (7).

Из (3) и (8), при сделанных предположениях, вытекает следующая теоретическая зависимость активационного объема процесса пластической деформации от температуры:

$$V(T) = -\left(\frac{\partial H}{\partial \tau^*}\right)_T = \frac{pqH_{00}T}{\eta(T)\tau_{c0}T_{00}} \left(\frac{T}{\eta(T)T_{00}}\right)^{-1/q} \times \left[1 - \left(\frac{T}{\eta(T)T_{00}}\right)^{1/q}\right]^{(p-1)/p}. \quad (15)$$

Теоретическая зависимость (15), рассчитанная с использованием значений параметров из таблицы (первая строка), приведена на рис. 5 (сплошная кривая). Видно, что во всем интервале температур $23 \text{ К} \leq T \leq 350 \text{ К}$ теоретическая зависимость хорошо аппроксимирует экспериментальные данные.

Таким образом, данные на рис. 3–5 показывают, что во всем интервале температур $23 \text{ К} \leq T \leq 350 \text{ К}$ наблюдается хорошее соответствие теоретических и экспериментальных результатов. Это соответствие является подтверждением адекватности используемой теоретической модели и позволяет говорить о едином механизме, контролирующем термоактивируемую пластичность в изучаемом КЗ сплаве Ni–18,75 ат.% Fe при $\varepsilon \approx 2\%$ в исследованном интервале температур.

4.2. Обсуждение механизма термоактивированного движения дислокаций в КЗ состоянии

Полученное нами для КЗ состояния значение параметра $p = 2/3$ соответствует статистике Фриделя [2], описывающей движение дислокаций через сетку случайно расположенных локальных препятствий.

Для статистики Фриделя длина дислокационного сегмента L , изгибающегося под действием напряжения τ^* между двумя локальными препятствиями, определяется выражением

$$L(\tau^*) = (2E_d S_0 / b\tau^*)^{1/3}, \quad (16)$$

где E_d — линейное натяжение дислокации, S_0 — средняя площадь, приходящаяся на одно локальное препятствие. Представим активационный объем в виде

$$V = bwL, \quad (17)$$

где $w = w(\tau^*)$ — эффективное активационное расстояние, которое является характеристикой процесса макроскопической термически активированной пластической деформации, обусловленного термически активированным движением дислокаций через систему локальных барьеров.

Согласно (16) и (17), получаем выражение для величины S_0 , которая позволяет оценить плотность локальных препятствий, контролирующую движение дислокации:

$$S_0 = \frac{\tau^* V^3}{2E_d b^2 w^3}. \quad (18)$$

Используя соотношение (18) и стандартную оценку $2E_d = Gb^2$, удобно представить выражение для S_0 в виде

$$S_0 = \frac{b^2 \tau^*}{G} \left(\frac{b}{w}\right)^3 \left(\frac{V}{b^3}\right)^3. \quad (19)$$

Оценим величину S_0 , используя значения параметров при $T = 290 \text{ К}$: $V = 220,3b^3$, $\tau^* = 5,428 \text{ МПа}$ (рассчитаны с помощью формул (13) и (15)), $G = 71,6 \text{ ГПа}$ (по данным [18] для сплава, близкого по составу к изученному нами), $b = 0,25 \text{ нм}$. Из (19) получаем $S_0 = 832,7b^2(b/w)^3 = 5,2 \cdot 10^{-17}(b/w)^3 \text{ м}^2$. Если принять $w \geq b$, получим $S_0 \leq 5,2 \cdot 10^{-17} \text{ м}^2$. Если предположить, что локальными препятствиями являются дислокации леса, то плотность лесных дислокаций ρ_f должна быть порядка $1/S_0 \geq 1,9 \cdot 10^{16} \text{ м}^{-2}$, что нереально для исследованного сплава при деформации $\varepsilon \approx 2\%$.

Оценим возможную предельную плотность дислокаций леса в изучаемом сплаве с учетом эмпирических значений внутренних напряжений. Допустим, что величина внутренних напряжений определяется только дислокациями леса, в этом случае имеем стандартную оценку $\tau_i \approx Gb\rho_f^{1/2}$. Используя эмпирическое значение $\tau_i = 0,13 \text{ ГПа}$ (при $T = 290 \text{ К}$), получаем $\rho_f \approx 5,3 \cdot 10^{13} \text{ м}^{-2}$ — эта величина в 360 раз меньше полученного выше значения $1/S_0$.

Проверим предположение о том, что движение дислокаций определяется преодолением локальных барье-

ров, созданных точечными дефектами. Принимая, что атомная концентрация точечных дефектов $C = b^2/S_0$, получаем оценку $C \geq 0,0012$. Согласно [11], основной примесью в исследованном сплаве является S с атомной концентрацией $C_S \leq 0,00018$. Примесь S распределена в сплаве неравномерно, наблюдается повышенная концентрация S в границах зерен, а концентрация S в объеме зерен может быть значительно меньше величины C_S . Поскольку величина C более чем в 6 раз превышает C_S , по-видимому, некорректно считать, что термически активированное движение дислокаций в КЗ сплаве контролируется локальными барьерами, созданными атомами примеси S.

Отметим, что локальными барьерами для движения дислокаций в исследованном КЗ сплаве могут быть неоднородности атомной структуры атомного масштаба, а именно отдельные атомы Fe и особенно их комплексы в неупорядоченном твердом растворе исследуемого КЗ сплава.

Таким образом, можно сделать вывод о том, что в КЗ сплаве Ni–18,75 ат.% Fe спектр локальных препятствий для движения дислокаций имеет сложную структуру. Отметим, что сложная природа термоактивированных процессов пластической деформации в монокристаллах разупорядоченного сплава FeNi₃ (близкого по составу к исследованному нами) при температурах $T < 400$ К была также установлена в работе [20].

5. Сравнительный анализ характеристик термически активированной пластичности сплава в КЗ и НК состояниях

Проведем сравнительный анализ характеристик пластической деформации сплава Ni–18,75 ат.% Fe, полученных в настоящей работе для КЗ состояния и в работе [10] для НК состояния. Отметим, что образцы сплава в обоих состояниях имели одинаковые размеры и деформировались одноосным сжатием с одинаковой относительной скоростью деформирования $\dot{\epsilon}_a = 3 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$, задаваемой штоком деформационной машины. Оценки величины скорости макроскопической пластической деформации $\dot{\epsilon}$ показывают, что при деформации $\epsilon \approx 2\%$ значение $\dot{\epsilon}$ практически совпадает со скоростью деформирования $\dot{\epsilon}_a$. Зарегистрированные при $\epsilon \approx 2\%$ в области $35 \text{ К} \leq T \leq 350 \text{ К}$ температурные зависимости деформирующего напряжения $\tau_2(T)$ и скоростной чувствительности деформирующего напряжения $\Delta\tau(T)/\Delta \ln \dot{\epsilon}_a$ свидетельствуют о термически активированном характере пластической деформации сплава в КЗ и НК состояниях. При этом кинетика пластической деформации может быть описана формулами (2)–(5). Атермичность эмпирических значений параметра A (см. таблицу), вычисленных по формуле (11), подтверждает сделанные предположения о том, что $\dot{\epsilon}_0 = \text{const}$, и о слабой температурной зависимости ве-

личины τ_{i0} . Для КЗ и НК состояний значения параметра A практически одинаковы, что позволяет сделать вывод о примерном равенстве величин $\dot{\epsilon}_0$ при $\epsilon \approx 2\%$.

При одинаковой температуре величина условного предела текучести $\tau_{0,2}$ в НК сплаве в 10 раз больше, чем в КЗ (см. рис 3 и 7). Температурная зависимость $\tau_{0,2}(T)$ в обоих состояниях сплава практически одинакова: при уменьшении температуры от 300 до 35 К величина $\tau_{0,2}$ возрастает в 1,5 раза. Существенно отличаются величины деформирующего напряжения τ_2 при $\epsilon \approx 2\%$. При $T = 300$ К отношение величин τ_2 составляет 7,78 и с понижением температуры монотонно увеличивается до 8,47 при $T = 77$ К, затем величина этого отношения немного уменьшается. Температурная зависимость $\tau_{0,2}(T)$ в НК сплаве немного сильнее, чем в КЗ: при уменьшении температуры от 300 до 35 К величина τ_2 в НК сплаве возрастает в 1,5 раза, а в КЗ сплаве — в 1,4 раза. Эмпирические значения внутренних напряжений в НК сплаве примерно в 7 раз больше, чем в КЗ (при сделанных нами предположениях эта величина не зависит от температуры).

Отметим, что учет значительных отличий в значениях эффективных напряжений в КЗ и НК сплавах, полученных при одинаковой температуре, весьма важен при анализе характера протекания деформации для разных структурных состояний. Так, величина τ^* в НК сплаве значительно выше, чем в КЗ сплаве: при $T = 300$ К отношение величин τ^* составляет 36 и с понижением температуры монотонно уменьшается до 13 при $T = 35$ К. При анализе результатов, полученных в одном из состояний (КЗ или НК), атермичность параметра A позволяет говорить о едином микроскопи-

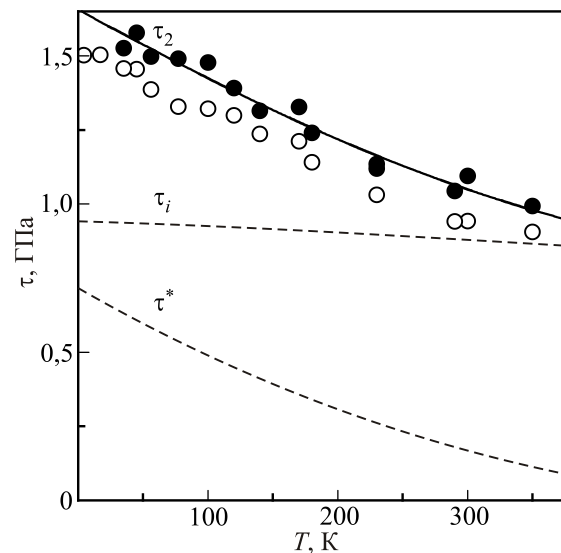


Рис. 7. Температурные зависимости условного предела текучести $\tau_{0,2}$, деформирующего напряжения τ_2 , внутреннего напряжения τ_i и эффективного напряжения τ^* для НК сплава Ni–18,75 ат.% Fe при деформации $\epsilon \approx 2\%$: ●, ○ — экспериментальные значения для τ_2 и $\tau_{0,2}$ соответственно.

ческом механизме, контролирующем процесс термически активированного пластического течения в интервале $35 \text{ K} \leq T \leq 350 \text{ K}$. Однако барьеры, определяющие термоактивированную пластическую деформацию для изученных нами КЗ и НК сплавов, различны.

Проведем сравнительный анализ активационных характеристик процесса пластической деформации, учитывая следующие обстоятельства. Хорошо известно, что описывающие кинетику макроскопической пластической деформации соотношения (3)–(5) отражают результат сложного усреднения микроскопических процессов, происходящих в деформируемом материале. Параметры в выражениях (3)–(5) (их эмпирические значения приведены в табл. 1) являются эффективными характеристиками макроскопической пластической деформации и в общем случае не имеют простой физической интерпретации. Значения этих параметров зависят от активационных характеристик элементарных актов пластической деформации, статистики локальных барьеров и других факторов. Существующие в настоящее время теоретические модели не дают детального количественного описания связи характеристик макро- и микропроцессов пластической деформации. Следует также учитывать некоторую неоднозначность эмпирических значений параметров: на конечном интервале температур экспериментальные данные можно визуально хорошо аппроксимировать теоретическими зависимостями, используя наборы параметров с различными значениями. Отмеченные выше обстоятельства существенно затрудняют выяснение природы и свойств локальных барьеров по макроскопическим характеристикам пластической деформации. Поэтому на основании имеющихся у нас данных корректный сравнительный анализ микроскопических механизмов пластической деформации можно провести только на качественном уровне.

Отметим, что при одинаковой температуре в КЗ сплаве величина активационного объема значительно больше, чем в НК сплаве. Также существенно отличаются температурные зависимости активационного объема. Для КЗ сплава (рис. 5) величина активационного объема монотонно уменьшается почти в 10 раз от $318b^3$ до $32b^3$ при понижении температуры в интервале 35–350 К. Для НК сплава V слабее зависит от температуры (см. рис. 8), с понижением температуры от 350 до 35 К значения V уменьшаются от $18b^3$ до $7b^3$ (примерно в 2,5 раза) [10].

При одинаковой температуре процессы пластической деформации в КЗ и НК сплавах протекают при разном уровне эффективных напряжений, поэтому целесообразно сравнить зависимости $V(\tau^*)$. Используя соотношение (3), получаем выражение, описывающее зависимость $V(\tau^*)$:

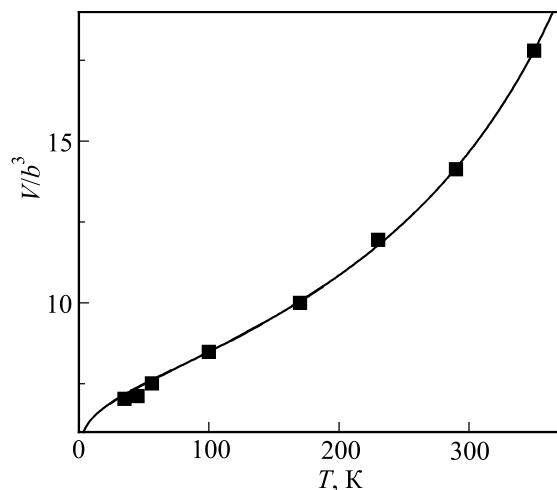


Рис. 8. Температурная зависимость активационного объема V для НК сплава Ni–18,75 ат.% Fe при деформации $\varepsilon \approx 2\%$. Сплошная линия — теоретическая зависимость, полученная с помощью формулы (15).

$$V(\tau^*) = - \left(\frac{\partial H}{\partial \tau^*} \right)_T = \frac{pqH_{00}}{\tau_{c0}} \left(\frac{\tau^*}{\tau_c} \right)^{p-1} \left[1 - \left(\frac{\tau^*}{\tau_c} \right)^p \right]^{q-1}. \quad (20)$$

Отметим, что теоретические зависимости для анализа корректно использовать только в том интервале температур, в котором они были получены при аппроксимации экспериментальных данных. В экспериментально исследованном нами интервале температур 23–350 К интервалы изменения эмпирических значений τ^* в КЗ и НК сплавах не пересекаются. Это обстоятельство при сравнении результатов вызывает необходимость использовать методы экстраполяции. Зависимости $V(\tau^*)$ представлены на рис. 9 в двойных логарифмических координатах. Сплошными линиями показаны рассчитанные по формуле (20) теоретические зависимости $V(\tau^*)$, соответствующие интервалу температур 23–350 К, штриховые линии — формальная экстраполяция теоретических зависимостей $V(\tau^*)$ на область температур $T \geq 23 \text{ K}$ для КЗ сплава и $T \geq 350 \text{ K}$ для НК сплава. Экспериментальные данные показаны темными и светлыми символами. На рисунке хорошо видно, что есть веские основания интерпретировать представленные графики как две различные зависимости $V(\tau^*)$. Формально графики зависимостей $V(\tau^*)$ пересекаются в некоторой точке, которую можно назвать точкой кроссовера. Кроссовер зависимостей $V(\tau^*)$ наблюдается при $\tau^* = 59,4 \text{ МПа}$, что соответствует температуре 10 К для КЗ и 411 К для НК сплава. Существенное различие величин активационных объемов, а также их зависимостей от температуры и эффективного напряжения позволяет сделать вывод о том, что барьеры, контролирующие термически активированное пластическое течение, различны в КЗ и НК состояниях.

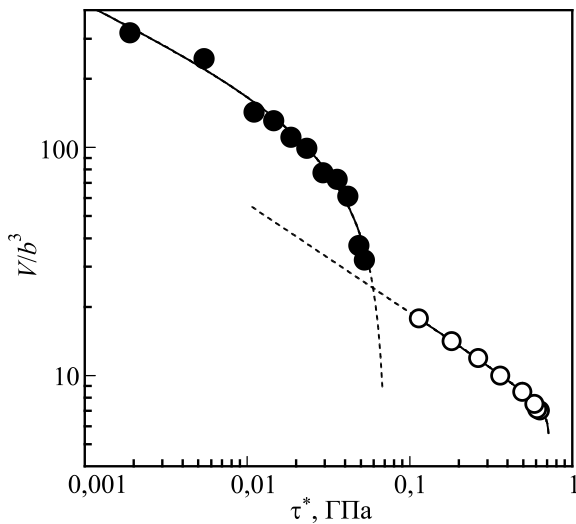


Рис. 9. Зависимости активационного объема от эффективного напряжения τ^* . Сплошные линии — рассчитанные по формуле (20) теоретические зависимости $V(\tau^*)$; штриховые линии — формальная экстраполяция теоретических зависимостей $V(\tau^*)$ на область температур $T \geq 23$ К для КЗ сплава и $T \geq 350$ К для НК сплава; ●, ○ — экспериментальные значения для КЗ и НК сплавов соответственно.

Свидетельствами различной природы локальных барьеров, контролирующих процесс термически активированного пластического течения, могут являться отличия эмпирических значений параметров H_{00} и q . Эмпирические значения параметра q могут свидетельствовать о том, что в НК сплаве ($q \approx 1,1$) форма эффективного силового барьера близка к прямоугольной, а в КЗ сплаве ($q \approx 1,7$) эффективный силовой барьер имеет более пологие «склоны». Поскольку в нашем случае эмпирические значения параметра $p = 2/3$, то, согласно (20), отличие значений параметра q приводит к различной функциональной зависимости активационного объема от безразмерного аргумента τ^*/τ_c для КЗ и НК сплавов.

Таким образом, выполненный сравнительный анализ активационных характеристик процесса пластической деформации в КЗ и НК сплавах позволяет заключить, что микроскопические барьеры, контролирующие кинетику термически активированного пластического течения, имеют различную физическую природу.

Заключение

В широком интервале низких температур (4,2–350 К) при одноосном сжатии изучены закономерности пластической деформации крупнозернистого сплава Ni–18,75 ат.% Fe. Получена температурная зависимость условного предела текучести и проанализирован вид деформационных кривых. Детально изучена температурная зависимость деформирующего напряжения и скоростной чувствительности деформирующего напряжения при величине пластической деформации

$\varepsilon \approx 2\%$. На основе этих зависимостей выполнен термоактивационный анализ, получены параметры пластичности и температурная зависимость активационного объема процесса пластической деформации. Получены эмпирические оценки параметров, характеризующих кинетику макроскопической пластической деформации, оценки величины внутренних и эффективных напряжений.

Проведен сравнительный анализ характеристик пластической деформации сплава Ni–18,75 ат.% Fe, полученных в настоящей работе для КЗ состояния и в работе [10] для НК состояния. Результаты анализа показывают, что в исследованном интервале температур в КЗ состоянии сплава микроскопические барьеры, контролирующие термически активируемую пластичность, отличны от барьеров в НК состоянии. Представляется вероятным предположение, что в НК состоянии пластическая деформация определяется процессом зарождения дислокаций на границах зерен (отрывом от точек закрепления) [10,21,22]. В КЗ состоянии спектр локальных препятствий для термоактивированного движения дислокаций более сложен: это совокупность дислокаций леса, примесей и локальных неоднородностей атомной структуры атомного масштаба.

Авторы выражают благодарность профессору В.Д. Нацкику за полезные дискуссии и ценные замечания при написании работы, а также И.С. Брауде и В.Г. Гейдарову за помощь в проведении экспериментов и обсуждении результатов.

1. U.F. Kocks, A.S. Argon, and M.F. Ashby, *Progr. Mater. Sci.* **19**, 288 (1975).
2. J. Friedel, *Dislocations*, London, Pergamon (1964) [Ж. Фридель, *Дислокации*, Москва, Мир (1967)].
3. H. Conrad, *High-Strength Materials*, V.F. Zackays (ed.), Wiley&Sons, New York (1964).
4. M.A. Meyers and A.Ashworth, *Philos. Mag. A* **46**, 737 (1982).
5. V. Moskalenko, V. Startsev, and V. Kovaleva, *Cryogenics* **20**, 503 (1980).
6. V.N. Kovaleva, V.A. Moskalenko, and V.D. Natsik, *Philos. Mag. A* **70**, 423 (1994).
7. M. Kato, *Mater. Sci. Eng. A* **516**, 276 (2009).
8. M.A. Meyers, A. Mishra, and D.J. Benson, *Progr. Mater. Sci.* **51**, 427 (2006).
9. A. Evans and R. Rawlings, *Phys. Status Solidi* **34**, 9 (1969).
10. Е.Д. Табачникова, А.В. Подольский, С.Н. Смирнов, И.А. Псарук, В.З. Бенгус, Н. Li, L. Li, Н. Chu, Р.К. Liao, *ФНТ* **38**, 301 (2012) [*Low Temp. Phys.* **38**, 239 (2012)].
11. H. Li, F. Ebrahimi, H. Choo, and P.K. Liaw, *J. Mater. Sci.* **41**, 7636 (2006).
12. H. Li and F. Ebrahimi, *Mater. Sci. Eng. A* **347**, 93 (2003).
13. G.J. Fan, L.F. Fu, Y.D. Wang, Y. Ren, H. Choo, P.K. Liaw, G.Y. Wang, and N.D. Browning, *Appl. Phys. Lett.* **89**, 101918 (2006).

14. H. Li, P.K. Liaw, H. Choo, and A. Misra, *Appl. Phys. Lett.* **93**, 051907 (2008).
15. Y.M. Wang, A.V. Hamza, and E. Ma, *Acta Mater.* **54**, 2715 (2006).
16. Н.В. Исаев, В.Д. Нацик, В.В. Пустовалов, В.С. Фоменко, С.Э. Шумилин, *ФНТ* **24**, 786 (1998) [*Low Temp. Phys.* **24**, 539 (1998)].
17. В.А. Москаленко, В.Н. Ковалева, В.Д. Нацик, В.В. Пустовалов, С.Э. Шумилин, *ФНТ* **22**, 1459 (1996) [*Low Temp. Phys.* **22**, 1108 (1996)].
18. И.Н. Францевич, Ф.Ф. Воронов, С.А. Бакуга, *Упругие постоянные и модули упругости металлов и неметаллов*, Наукова думка, Киев (1982).
19. Yu. Semerenko, E. Tabachnikova, and P. Liaw, Материалы IV Международной конференции DFMN-2011 «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов», 25–28 октября, 2011 г., ИМЕТ РАН, Москва, с. 209.
20. В.В. Старенченко, В.С. Кобытнев, Э.В. Козлов, Л.Е. Попов, *Известия вузов, Физика*, №7, 109 (1978).
21. R.J. Asaro and S. Suresh, *Acta Materialia* **53**, 3369 (2005).
22. Y. Champion, *Mat. Sci. Eng. A* **560**, 315 (2013).

Experimental study and comparable analysis of plasticity of the Ni–18.75 at.% Fe alloy in coarse grained and nanocrystalline states in the temperature range 4.2–350 K

E.D. Tabachnikova, A.V. Podolskiy, S.N. Smirnov, I.A. Psaruk, and P.K. Liao

The mechanical properties of the coarse grained (CG) Ni–18.75 at.% Fe alloy (the average grain size is 35 μm) were studied in uniaxial compression with a constant rate in the temperature range 4.2–350 K. The

temperature dependence of yield stress was measured, and the shape of the stress-strain curves was analyzed. The temperature dependences of flow stress, strain rate sensitivity of flow stress and activation volume of plastic deformation were measured for plastic strain of 2 %. The thermal activation analysis of the experimental data was carried out. It is shown that the plastic deformation of coarse grained alloy in the temperature range 35–350 K has a thermally activated type and it is controlled by the single deformation mechanism. Empirical estimates of the parameters of dislocation interaction with local barriers and the values of effective and internal stresses were obtained. The comparable analysis was carried out of the regularities of the low-temperature thermally activated plastic deformation of the alloy in CG and nanocrystalline (NC) states. It is concluded that the microscopic barriers, controlling the thermally activated plastic flow, are different in NC and CG states. The range of local barriers, which can determine the thermally activated dislocation plasticity in NC and CG states, is discussed.

PACS: 61.72.Hh Indirect evidence of dislocations and other defects (resistivity, slip, creep, strains, internal friction, EPR, NMR, etc.);
 62.20.F– Deformation and plasticity;
 81.07.Bc Nanocrystalline materials;
 81.40.Ef Cold working, work hardening; annealing, post-deformation annealing, quenching, tempering recovery, and crystallization;
 81.40.Lm Deformation, plasticity, and creep.

Keywords: coarse grained alloy, nanocrystalline state, low temperature, dislocations, thermoactivation analysis.